



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.93—2010

GB 5009.93—2010

## 食品安全国家标准

### 食品中硒的测定

National food safety standard

Determination of selenium in foods

中华人民共和国  
国家标准  
食品安全国家标准

食品中硒的测定  
GB 5009.93—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

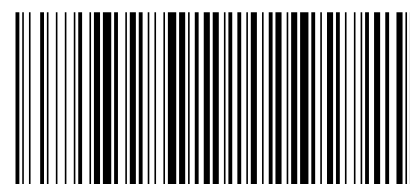
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2010年5月第一版 2010年5月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-40159 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB 5009.93-2010

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.93—2003《食品中硒的测定》。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5009.93—2003；

——GB/T 12399—1996；

——GB 13105—1991。

500 mL。

10.5.2 盐酸羟胺溶液(100 g/L):称取 10 g 盐酸羟胺溶于水中,稀释至 100 mL。

10.5.3 甲酚红指示剂(0.2 g/L):称取甲酚红 50 mg 溶于少量水中,加氨水(1+1)1 滴,待完全溶解后加水稀释至 250 mL。

10.5.4 取 EDTA 溶液(10.5.1)及盐酸羟胺溶液(10.5.2)各 50 mL,加甲酚红指示剂(10.5.3)5 mL,用水稀释至 1 L,混匀。

10.6 氨水(1+1)。

10.7 盐酸。

10.8 环己烷:需先测试有无荧光杂质,否则重蒸后使用,用过的环己烷可回收,重蒸后再使用。

10.9 盐酸(1+9)。

## 11 仪器和设备

11.1 荧光分光光度计。

11.2 天平:感量为 1 mg。

11.3 烘箱。

11.4 粉碎机。

11.5 电热板。

11.6 水浴锅。

## 12 分析步骤

### 12.1 试样处理

#### 12.1.1 粮食

试样用水洗三次,至 60 °C 烤箱中烘去表面水分,用粉碎机粉碎,储于塑料瓶内,放一小包樟脑精,盖紧瓶塞保存,备用。

#### 12.1.2 蔬菜及其他植物性食物

取可食部,用蒸馏水冲洗三次后,用纱布吸去水滴,不锈钢刀切碎,取一定量试样在烘箱中于 60 °C 烤干,称重,计算水分。粉碎,备用。

计算时应折合成鲜样重。

#### 12.1.3 其他固体试样

粉碎、混匀试样,备用。

#### 12.1.4 液体试样

混匀试样,备用。

### 12.2 试样的消化

称含硒量约为 0.01 μg~0.5 μg 的粮食或蔬菜及动物性试样 0.5 g~2 g(精确至 0.001 g),液体试样吸取 1.00 mL~10.00 mL 于磨口锥形瓶内,加 10 mL 5% 去硒硫酸,待试样湿润后,再加 20 mL 混合酸液放置过夜,次日置电热板上逐渐加热。当剧烈反应发生后,溶液呈无色,继续加热至白烟产生,此时溶液逐渐变成淡黄色,即达终点。某些蔬菜试样消化后出现浑浊,以致难以确定终点,这时可注意瓶内出现滚滚白烟,此刻立即取下,溶液冷却后又变为无色。有些含硒较高的蔬菜含有较多的 Se<sup>6+</sup>,需要在消化完成后再加 10 mL 10% 盐酸,继续加热,使再回终点,以完全还原 Se<sup>6+</sup> 为 Se<sup>4+</sup>,否则结果将偏低。

### 12.3 测定

上述消化后的试样溶液加入 20.0 mL EDTA 混合液,用氨水(10.6)及盐酸(10.9)调至淡红橙色(pH 1.5~2.0)。以下步骤在暗室操作:加 DAN 试剂(10.2)3.0 mL,混匀后,置沸水浴中加热 5 min,取出冷却后,加环己烷 3.0 mL,振摇 4 min,将全部溶液移入分液漏斗,待分层后弃去水层,小心将环己

# 食品安全国家标准

## 食品中硒的测定

### 1 范围

本标准规定了用氢化物原子荧光光谱法和荧光法测定食品中硒的方法。

本标准适用于食品中硒的测定。

### 2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

### 第一法 氢化物原子荧光光谱法

### 3 原理

试样经酸加热消化后,在 6 mol/L 盐酸介质中,将试样中的六价硒还原成四价硒,用硼氢化钠或硼氢化钾作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢(H<sub>2</sub>Se),由载气(氩气)带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比。与标准系列比较定量。

### 4 试剂和材料

除非另有规定,本方法所使用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 硝酸:优级纯。

4.2 高氯酸:优级纯。

4.3 盐酸:优级纯。

4.4 混合酸:将硝酸与高氯酸按 9:1 体积混合。

4.5 氢氧化钠:优级纯。

4.6 硼氢化钠溶液(8 g/L):称取 8.0 g 硼氢化钠(NaBH<sub>4</sub>),溶于氢氧化钠溶液(5 g/L)中,然后定容至 1 000 mL,混匀。

4.7 铁氰化钾(100 g/L):称取 10.0 g 铁氰化钾[K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>],溶于 100 mL 水中,混匀。

4.8 硒标准储备液:精确称取 100.0 mg 硒(光谱纯),溶于少量硝酸中,加 2 mL 高氯酸,置沸水浴中加热 3 h~4 h,冷却后再加 8.4 mL 盐酸,再置沸水浴中煮 2 min,准确稀释至 1 000 mL,其盐酸浓度为 0.1 mol/L,此储备液浓度为每毫升相当于 100 μg 硒。

4.9 硒标准应用液:取 100 μg/mL 硒标准储备液 1.0 mL,定容至 100 mL,此应用液浓度为 1 μg/mL。

注:也可购买该元素有证国家标准溶液。

4.10 盐酸(6 mol/L):量取 50 mL 盐酸(4.3)缓慢加入 40 mL 水中,冷却后定容至 100 mL。

4.11 过氧化氢(30%)。

### 5 仪器和设备

5.1 原子荧光光谱仪,带硒空心阴极灯。